

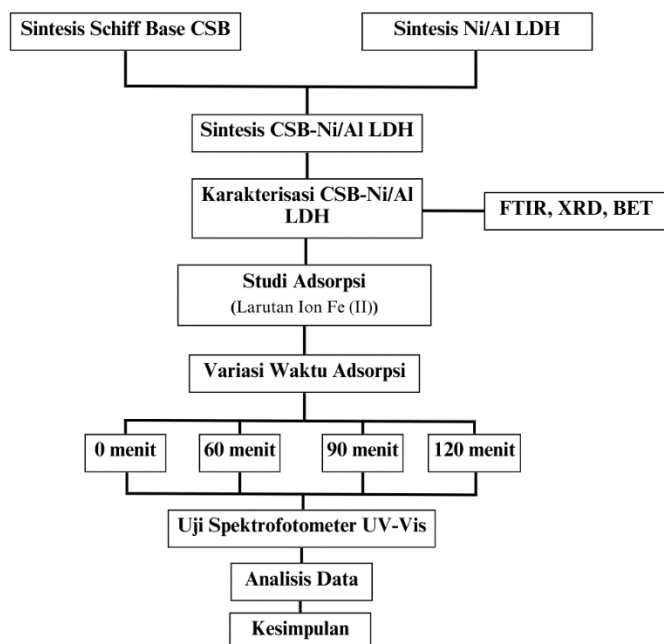
BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian

Penelitian ini terdiri dari sintesis, karakterisasi, dan uji kinerja. Tahap preparasi dan sintesis dilakukan di Laboratorium Riset Kimia FPMIPA UPI. Tahap karakterisasi dilakukan menggunakan instrumentasi *Fourier Transform Infrared* (FTIR-shimadzu) dan *X-ray Diffraction* (XRD-D8 Advance Bruker) di Greenlabs Bandung, dan *Brunauer-Emmett-Teller* (BET) *Surface Area Analyzer* di Badan Riset Inovasi Nasional (BRIN), Tangerang Selatan. Terakhir, tahap uji kinerja meliputi pengukuran absorbansi hasil adsorpsi ion Fe(II) dalam air dengan instrumentasi *UV-Visible Spectrophotometer* (Shimadzu 1240) di Laboratorium Kimia Instrumen (LKI) FPMIPA UPI. Penelitian ini dimulai sejak Februari hingga Agustus 2024.

3.2 Desain Penelitian

Tahapan penelitian yang meliputi preparasi, sintesis, karakterisasi CSB-Ni/Al LDH, serta uji kinerjanya dalam adsorpsi ion Fe (II) dalam air disajikan dalam Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Desain Penelitian

Sintesis komposit CSB-Ni/Al LDH ditujukan untuk membuat komposit CSB terinterkalasi pada Ni/Al LDH, menggunakan prekursor *schiff base* kitosan dan Ni/Al LDH. Studi adsorpsi ditujukan untuk mengetahui efektivitas komposit CSB-Ni/Al LDH dalam mengadsorpsi ion Fe (II) dalam air. Karakterisasi FTIR ditujukan untuk mengidentifikasi gugus fungsi atau interaksi kimia pada komposit CSB-Ni/Al LDH. Karakterisasi XRD ditujukan untuk memperoleh informasi struktur CSB-Ni/Al LDH melalui puncak difraktogram khas dan nilai *interlayer spacing* (d). Karakterisasi BET ditujukan untuk mengetahui luas permukaan spesifik komposit CSB-Ni/Al LDH. Sedangkan, uji spektrofotometer UV-Vis ditujukan untuk mengukur absorbansi ion Fe (II) yang kemudian digunakan untuk mengetahui % penyisihan ion Fe (II) oleh adsorben CSB-Ni/Al LDH.

3.3 Alat dan Bahan

3.3.1 Alat

a. Preparasi dan Sintesis CSB-Ni/Al-LDH

Alat yang digunakan pada tahap preparasi dan sintesis ini meliputi: Gelas kimia (50 ml, 100 mL, 250 mL, 400 mL), gelas ukur (10 mL, 50 mL, 100 mL), labu ukur (50 mL, 100 mL), kaca arloji, pipet mikro, pipet tetes, *ball pipet*, *stirrer bar*, spatula, botol semprot, *hot plate*, neraca analitik, corong buchner, erlenmeyer vakum, batang pengaduk, pH meter, oven, oven vakum, desikator, lumpang dan alu.

b. Karakterisasi CSB-Ni/Al-LDH

Karakterisasi adsorben CSB-Ni/Al LDH menggunakan beberapa instrumen, yaitu *Fourier Transform Infrared Spectra* (FTIR-*shimadzu*), *X-Ray Diffraction* (XRD-D8 *Advance Bruker*), dan *Brunauer-Emmett-Teller* (BET) *Surface Area Analyzer*.

c. Kinerja CSB-Ni/Al LDH

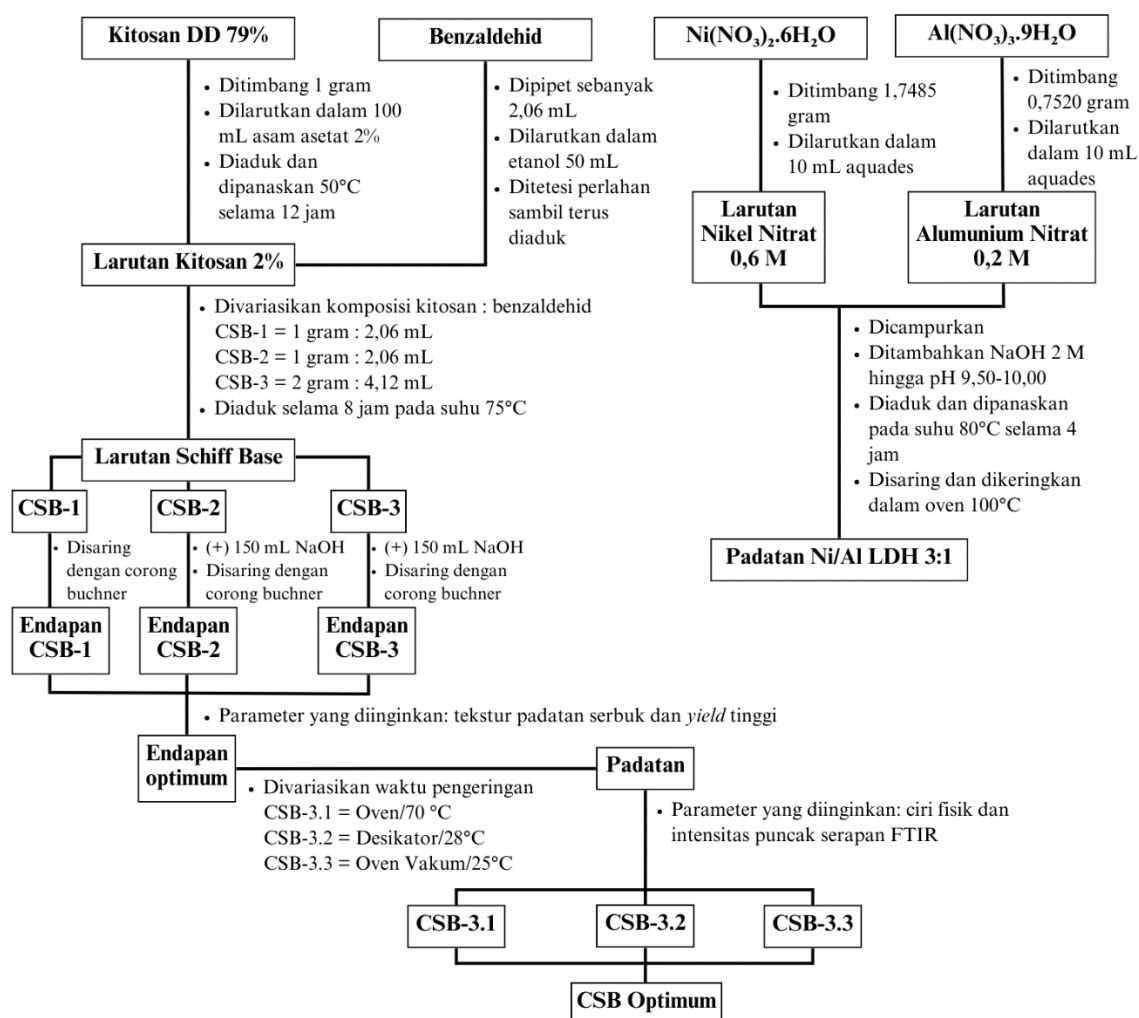
Kinerja adsorben CSB-Ni/Al LDH dilakukan menggunakan set alat dari instrumen *UV-Visible Spectrophotometer Shimadzu 1240* untuk mengukur absorbansi limbah ion Fe(II) sebelum dan setelah proses adsorpsi.

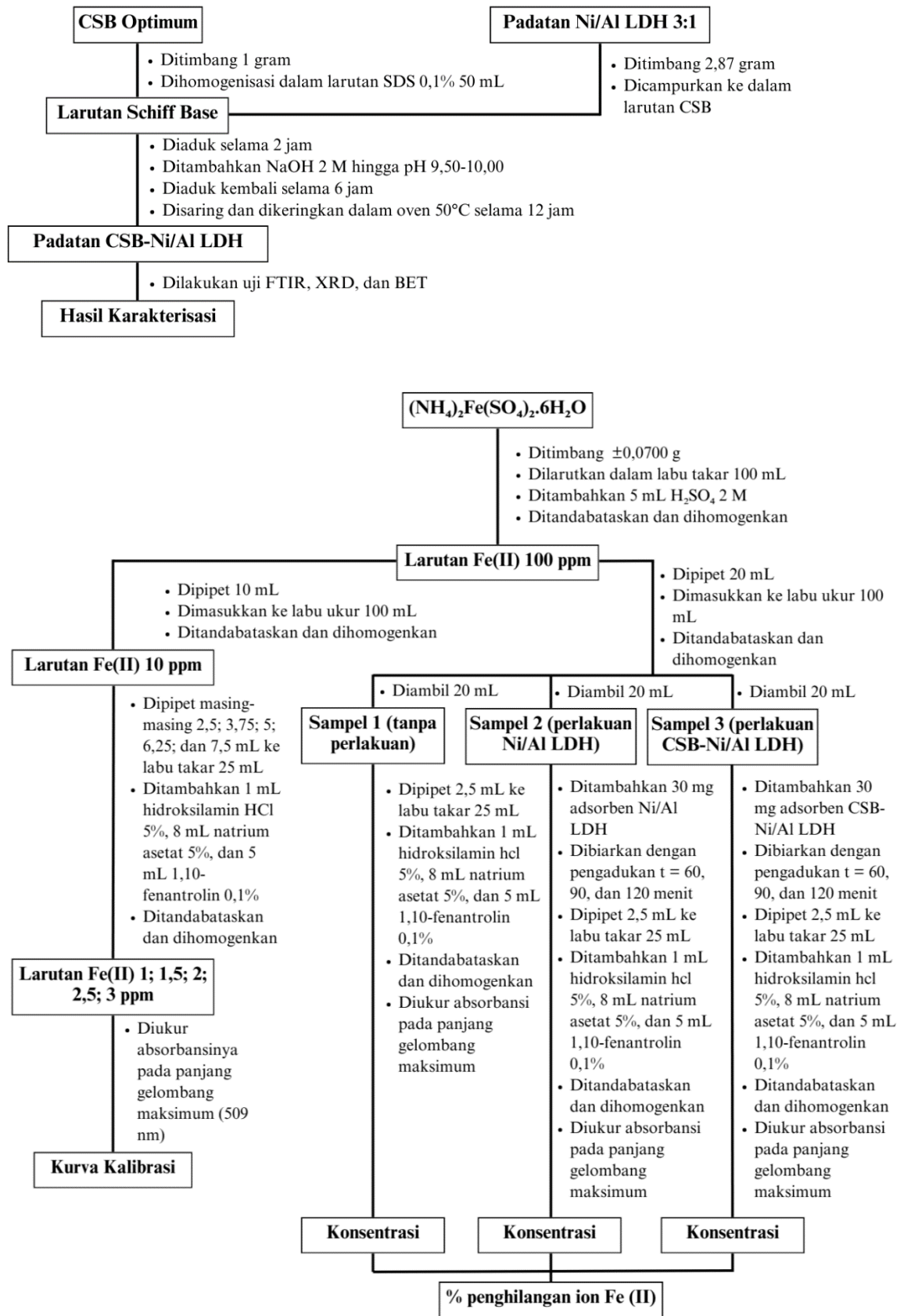
3.3.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu kitosan (*Deacetylation Degree 75%*), asam asetat glasial (CH_3COOH), benzaldehid, etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), aquades (H_2O), nikel (II) nitrat heksahidrat ($\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), alumunium (III) nitrat nonahidrat ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$), natrium hidroksida (NaOH), *sodium dodecyl sulfate* (SDS), garam mohr ($(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), *1,10-phenanthroline monohydrate* 0,1%, hidroksilamin hidroklorida ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) 5%, dan natrium asetat 5%.

3.4 Prosedur Penelitian

Prosedur penelitian terdiri dari tahap preparasi, sintesis, karakterisasi, dan uji kinerja CSB-Ni/Al-LDH tersaji pada Gambar 3.2.





Gambar 3.2 Bagan Alir Uji Kinerja

3.4.1 Sintesis *Schiff Base* Kitosan (CSB)

3.4.1.1 Preparasi

- a. Tahapan pembuatan larutan asam asetat 2%
Larutan asam asetat glasial (CH_3COOH) dipipet sebanyak 2,4 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, ditambahkan akuades sampai tanda batas dan homogenkan.
- b. Tahap pembuatan larutan benzaldehid 0,02 mol
Benzaldehid sebanyak 2,057 mL dimasukkan ke dalam gelas kimia, ditambahkan 50 mL etanol, dan diaduk dengan *stirrer bar* selama 15 menit di suhu ruang.
- c. Tahap pembuatan larutan NaOH 5%
Pelet NaOH sebanyak 7,5 gram ditimbang dan dimasukkan ke dalam gelas kimia, ditambahkan 150 mL akuades, diaduk dengan *stirrer bar* selama 5 menit di suhu ruang.

3.4.1.2 Tahapan Optimasi

Pada tahapan ini dilakukan sintesis *schiff base* kitosan (CSB) dengan variasi komposisi yang digunakan tercantum pada Tabel 3.1. Larutan CSB diaduk menggunakan *stirrer bar* selama 8 jam di suhu 75°C.

Tabel 3.1. Optimasi Komposisi *Schiff Base* kitosan (CSB)

Seri <i>Schiff Base</i>	Komposisi		
	Kitosan (gram)	Benzaldehid (mL)	NaOH 5% (b/v)
CSB-1	1	2,06	-
CSB-2	1	2,06	150
CSB-3	2	4,12	150

Setelah didapatkan kondisi optimum berupa tekstur powder dan *yield* yang paling besar untuk sintesis CSB, dilakukan optimasi kondisi pengeringan (oven pada 70°C; desikator pada 28°C; dan oven vacuum pada 25°C). CSB hasil sintesis kemudian dilakukan karakterisasi.

3.4.2 Sintesis Ni/Al LDH (*Layered Double Hydroxide*)

3.4.2.1 Preparasi

- a. Tahapan pembuatan larutan $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ 0,6 M

$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ditimbang sebesar 1,7485 gram, dimasukkan ke dalam gelas kimia, ditambahkan 10 mL akuades, dan diaduk dengan *stirrer bar* selama 15 menit pada suhu ruang.

- b. Tahapan pembuatan larutan $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 0,2 M

$\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ditimbang sebesar 0,7520 gram, dimasukkan ke dalam gelas kimia, ditambahkan 10 mL akuades, dan diaduk dengan *stirrer bar* selama 15 menit pada suhu ruang.

- c. Tahapan Pembuatan NaOH 2 M

Pelet NaOH ditimbang sebesar 4 gram, dimasukkan ke dalam gelas kimia, ditambahkan 50 mL akuades dan diaduk hingga larut.

3.4.2.2 Tahapan Sintesis

Sintesis Ni/Al LDH (*Nickel/Aluminium Layered Double Hydroxide*) dengan metode ko-presipitasi. Larutan $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,6 M dan larutan $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 0,2 M dicampurkan dalam gelas kimia dan diaduk dengan *stirrer bar*. Campuran tersebut kemudian ditambahkan tetesan larutan NaOH 2 M hingga pH larutan berada di rentang 9,5-10,5 dan selanjutnya dipanaskan pada suhu 80°C selama 4 jam sambil terus diaduk. Setelah mendapatkan endapan Ni/Al LDH yang telah disaring dengan pompa vakum, kemudian dilakukan pengeringan dengan oven di suhu 100°C selama 4 jam.

3.4.3 Sintesis Schiff Base Kitosan-Nikel/Aluminium Layered Double Hydroxide (CSB-Ni/Al LDH)

3.4.3.1 Preparasi

- a. Tahapan pembuatan SDS 0.1% (b/v)

Sodium Dodecyl Sulfate (SDS) ditimbang sebanyak 0,0550 kemudian dimasukkan ke gelas kimia, ditambahkan 50 mL akuades, dan diaduk dengan *stirrer bar* selama 15 menit pada suhu ruang hingga larut.

- b. Tahapan pembuatan NaOH 2 M

Pelet NaOH ditimbang sebesar 4 gram, dimasukkan ke dalam gelas kimia, ditambahkan 50 mL akuades dan dihomogenkan.

3.4.3.2 Interkalasi CSB ke Ni/Al LDH

Padatan CSB ditimbang sebanyak 1,0 gram dan dihomogenisasi dalam 50 mL surfaktan SDS (0,1% b/v) selama 2 jam. Kemudian, serbuk Ni/Al-LDH yang telah ditimbang 2,87 gram dimasukkan ke dalam larutan CSB dan campuran diaduk lebih lanjut selama 2 jam. Larutan NaOH 2 M ditambahkan tetes demi tetes ke dalam campuran sambil tetap diaduk hingga mencapai pH 9,5-10. Campuran diaduk selama 6 jam pada suhu 60°C. Padatan yang terbentuk disaring dan dicuci dengan akuades dan dikeringkan dalam oven pada suhu 50°C selama 12 jam. Padatan yang sudah kering dihaluskan menggunakan lumpang dan alu agar lebih mudah untuk dilanjutkan proses karakterisasi.

3.4.4 Karakterisasi CSB-Ni/Al-LDH

3.4.4.1 *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Interaksi kimia dan gugus fungsi yang terdapat pada CSB-Ni/Al LDH ditentukan menggunakan instrumen *Fourier Transform Infra Red (FTIR) spectroscopy*. Prinsip dari instrumen FTIR adalah penyerapan radiasi inframerah oleh molekul-molekul yang menyebabkan vibrasi (getaran) molekul. Spektrum yang dihasilkan dari analisis material ini akan memiliki pola yang khas untuk setiap jenis interaksi ikatan dan digambarkan dalam satuan bilangan gelombang (cm^{-1}). Analisis FTIR digunakan pada setiap prekursor *schiff base* kitosan (CSB), Ni/Al LDH, dan produk akhir CSB-Ni/Al LDH di rentang bilangan gelombang 4000-500 cm^{-1} dengan *scanning rate* 2 cm^{-1}/s pada suhu kamar dengan pelet KBr. Karakterisasi ini bertujuan untuk mengonfirmasi keberhasilan sintesis prekursor dan produk akhir melalui interaksi kimia (gugus fungsi) yang berlangsung sehingga prekursor dan produk akhir dapat dibandingkan perubahannya.

3.4.4.2 *X-Ray Diffraction (XRD)*

Penentuan struktur CSB-Ni/Al LDH dilakukan menggunakan XRD yang memanfaatkan difraksi sinar-X oleh kisi kristal hingga memberikan informasi mengenai pola difraksi, mengidentifikasi fasa kristalin, dan menentukan parameter kisi. Puncak-puncak yang muncul pada pengukuran XRD mewakili satu bidang kisi kristal yang memiliki orientasi tertentu. Penentuan *interlayer spacing* (d) adsorben Ni/Al LDH sebelum dan setelah interkalasi CSB dengan XRD mengikuti persamaan Bragg (persamaan 6) seperti berikut.

$$d = \frac{\lambda}{2\sin\theta} \quad (6)$$

Dimana d adalah *interlayer spacing*, λ adalah panjang gelombang dari sinar-X yang digunakan sebesar 0,154 nm, dan θ adalah sudut antara sinar datang pada bidang normal.

Pada penelitian ini digunakan instrumen XRD D8 Advance Bruker dengan sumber radiasi $\text{CuK}\alpha$, $\lambda = 0,154$ nm atau $1,54060 \text{ \AA}$, sudut difraksi = 2θ dengan rentang $5\text{-}70^\circ$, *power* 40 kV dan 35 mA pada suhu ruang.

3.4.4.3 Brunauer-Emmett-Teller (BET) Surface Area

Penentuan sifat poros material Ni/Al LDH dan CSB-Ni/Al-LDH dilakukan dengan menggunakan instrumen *BET (Brunauer-Emmett-Teller) Surface Area Analyzer* melalui proses adsorpsi gas nitrogen (N_2) oleh material sebagai fungsi tekanan yang kemudian digunakan persamaan *Brunauer-Emmett Teller* untuk menghitung *specific surface area*, *mean pore size*, dan *total pore volume*. Sebelum pengukuran masing-masing material CSB, Ni/Al LDH, dan CSB-Ni/Al LDH dilakukan *degassing* berturut-turut pada suhu 40°C , 80°C , dan 60°C pada keadaan vakum (dibawah atmosfer N_2) selama 1 jam.

3.4.5 Kinerja CSB-Ni/Al LDH

Uji kinerja CSB-Ni/Al LDH pada adsorpsi limbah Fe(II) dalam air ditentukan melalui pengukuran konsentrasi ion Fe^{2+} sebelum dan setelah adsorpsi menggunakan instrumen spektrofotometer UV-Vis.

3.4.5.1 Preparasi

a. Pembuatan asam sulfat 2 M

Asam sulfat pekat 98% dipipet sebanyak 10,6 mL, dimasukkan ke dalam gelas kimia yang berisi 50 mL air, ditambahkan kembali aquades hingga mencapai volume 100 mL, dan dihomogenkan.

b. Pembuatan larutan 1,10-phenanthroline 0,1%

Padatan 1,10-phenanthroline monohydrate ditimbang sebanyak 0,1 gram, ditambahkan sedikit aquades, dipanaskan sambil diaduk hingga padatan larut, ditambahkan kembali aquades hingga mencapai 100 mL, dan dihomogenkan.

- c. Pembuatan hidroksilamin HCl 5%
Padatan hidroksilamin HCl ditimbang sebanyak 5 gram, ditambahkan 100 mL aquades, dan dihomogenkan.
- d. Pembuatan larutan natrium asetat 5%
Padatan CH₃COONa ditimbang sebanyak 5 gram, ditambahkan 100 mL aquades, dan diaduk hingga larut.
- e. Pembuatan larutan induk Fe(II) 100 ppm
Garam mohr ditimbang sebanyak ±0,0700 gram, dilarutkan dengan sedikit aquades dalam labu takar 100 mL, ditambahkan 5 mL asam sulfat 2 M, ditandabatkan, dan dihomogenkan.
- f. Pembuatan Larutan Fe (II) 10 ppm
Larutan stok Fe (II) 100 ppm diambil sebanyak 10 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, ditandabatkan, dan dihomogenkan.
- g. Pembuatan Larutan Deret Standar 1; 1,5; 2; 2,5; 3 ppm
Larutan induk Fe(II) 10 ppm diambil masing-masing 2,5 mL; 3,75 mL; 5 mL; 6,25 mL; dan 7,5 mL ke dalam labu ukur 25 mL, ditambahkan 1 mL hidroksilamin HCl 5%, 8 mL larutan natrium asetat 5%, 5 mL 1,10 fenantrolin 0,1%, ditandabatkan dengan aquades dan dihomogenkan.
- h. Pembuatan Larutan Sampel Fe (II) 20 ppm
Larutan stok Fe (II) 100 ppm diambil sebanyak 20 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, ditandabatkan, dan dihomogenkan.

3.4.5.2 Pengukuran Panjang Gelombang Maksimum (λ_{maks})

Larutan Fe(II) 2 ppm dimasukkan ke dalam kuvet dan dilakukan *scanning* pada panjang gelombang *visible* di 400-600 nm dan diperoleh panjang gelombang maksimum dengan nilai absorbansi paling besar.

3.4.5.3 Pengukuran Kurva Kalibrasi

Larutan deret standar Fe(II) masing-masing dimasukkan ke dalam kuvet dan dilakukan pengukuran absorbansi di panjang gelombang maksimum untuk kemudian diperoleh nilai $y = mx + b$ dan regresi linear (R^2).

3.4.5.4 Pengujian Adsorpsi Limbah Ion Fe(II) oleh Ni/Al LDH dan CSB-Ni/Al LDH

Larutan sampel Fe (II) dengan konsentrasi 20 ppm masing-masing diambil sebanyak 20 mL untuk kemudian ditambahkan dengan adsorben Ni/Al LDH dan CSB-Ni/Al LDH sebanyak 30 mg. Proses adsorpsi dilakukan dalam tiga waktu yaitu 60, 90, dan 120 menit sambil terus diaduk. Larutan sampel hasil adsorpsi selanjutnya disaring dengan kertas saring whatman No 42 diameter 11 cm sebelum dilakukan pengukuran nilai absorbansi.

3.4.5.5 Pengukuran Absorbansi dan Konsentrasi Limbah Ion Fe (II)

Larutan sampel Fe(II) hasil adsorpsi dengan konsentrasi awal 20 ppm diambil sebanyak 2,5 mL, dimasukkan ke dalam labu ukur 25 mL, ditambahkan 1 mL hidrosilamin HCl 5%, 8 mL larutan natrium asetat 5%, 5 mL 1,10 fenantrolin 0,1%, ditandabatkan dengan aquades dan dihomogenkan. Larutan sampel yang telah diencerkan 10 kali tersebut kemudian diukur dengan spektrofotometer UV-Vis di panjang gelombang maksimum. Nilai absorbansi kemudian dimasukkan ke rumus pada persamaan 7 berikut untuk diketahui konsentrasinya.

$$y = mx + b \quad (7)$$

dimana y = absorbansi dan x = konsentrasi.

Setelah konsentrasi akhir diperoleh nilainya dikalikan dengan 10 (faktor pengenceran), terakhir hitung %penghilangan ion Fe(II) dari masing-masing adsorben dengan rumus pada persamaan 8 sebagai berikut.

$$\% \text{penghilangan ion Fe (II)} = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100 \quad (8)$$

dengan C_0 = konsentrasi awal (sebelum adsorpsi) dan C_t = konsentrasi akhir (setelah adsorpsi).